

气相色谱-质谱法测定小麦中二噁英类多氯联苯

杨代凤, 刘腾飞*, 陆皓茜, 毛 健, 钱 辉, 赵佳昕

(江苏太湖地区农业科学研究所, 苏州 215155)

摘 要: 目的 建立气相色谱-质谱法(Gas chromatograph-mass spectrometry, GC-MS)同时快速测定小麦中 12 种二噁英类多氯联苯(dioxin-like polychlorinated biphenyls, DL-PCBs)的分析方法。**方法** 样品采用改进的 QuEChERS 方法, 经丙酮-正己烷(1:2, V:V)溶液超声提取, 羧基化多壁碳纳米管和 N-丙基乙二胺混合净化剂净化, 用 Agilent HP-5MS 色谱柱分离, GC-MS 选择离子监测模式进行测定, 外标法定量。**结果** 12 种 DL-PCBs 在 5~500 $\mu\text{g/L}$ 范围内具有良好的线性关系, 相关系数 r 均大于 0.999。方法的检出限为 0.5~0.8 $\mu\text{g/kg}$, 定量限均为 5 $\mu\text{g/kg}$, 在 5、10、100 $\mu\text{g/kg}$ 添加水平的平均回收率为 88.6%~115.0%, 相对标准偏差小于 6.5%($n=5$)。**结论** 该方法样品前处理简单快速, 溶剂消耗少, 对检测条件要求低, 适用于同时测定小麦中 12 种 DL-PCBs。

关键词: 二噁英类多氯联苯; 小麦; 气相色谱-质谱法

Determination of dioxin-like polychlorinated biphenyls in wheat by gas chromatography-mass spectrometry

YANG Dai-Feng, LIU Teng-Fei*, LU Hao-Qian, MAO Jian, QIAN Hui, ZHAO Jia-Xin

(Jiangsu Taihu Area Institute of Agricultural Sciences, Suzhou 215155, China)

ABSTRACT: Objective To establish a simple and rapid method for the simultaneous determination of 12 dioxin-like polychlorinated biphenyls (DL-PCBs) in wheat by gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS). **Methods** The wheat samples were ultrasonically extracted with acetone-hexane (1:2, V:V). Subsequently, the extract was cleaned-up by using carboxylated multi-walled carbon nanotubes and primary secondary amine as adsorbents according to the method of QuEChERS. Then, the DL-PCBs in the extract were separated on an Agilent HP-5MS capillary column, detected by GC-MS using selected ion monitoring mode, and quantified by external standard method. **Results** Good linear relationships for all the analytes were observed in the concentration range of 5–500 $\mu\text{g/L}$ with correlation coefficients more than 0.995. The limits of detection and the limits of quantification were 0.5–0.8 $\mu\text{g/kg}$ and 5 $\mu\text{g/kg}$, respectively, the recoveries were ranged from 88.6% to 115.0% for the analytes with 3 spiked levels of 5, 10 and 100 $\mu\text{g/kg}$, and the relative standard deviations were less than 6.5% ($n=5$). **Conclusion** The proposed method is simple, accurate, solvent saving and without special instrument sensitive, which is suitable for detecting DL-PCBs in wheat.

KEY WORDS: dioxin-like polychlorinated biphenyls; wheat; gas chromatograph-mass spectrometry

基金项目: 国家农业基础性长期性科技项目(ZX10S1108)、苏州市科技计划项目(SNG2018055)

Fund: Supported by the National Fundamental and Long-Term Task of Agricultural Science and Technology of China (ZX10S1108), and the Key Technology Research and Development Program of Suzhou (SNG2018055)

***通讯作者:** 刘腾飞, 助理研究员, 主要研究方向为食品安全。E-mail: bblitengfei@163.com

***Corresponding author:** LIU Teng-Fei, Assistant Professor, Jiangsu Taihu Area Institute of Agricultural Sciences, Suzhou 215155, China. E-mail: bblitengfei@163.com

1 引言

多氯联苯(polychlorinated biphenyls, PCBs)是一类人工合成的氯代联苯类芳烃化合物,具有显著的生物毒性^[1],虽然在全球范围内已经禁用多年,但其在土壤、水、大气及食品中仍广泛存在^[2-5],已成为人们高度关注的一种全球性污染物。人工合成的 PCBs 共有 209 种,其中有 12 个单体的毒性作用机制与二噁英相似,被称为二噁英类多氯联苯(dioxin-like polychlorinated biphenyls, DL-PCBs),包括 4 个非邻位取代的 PCBs(PCB77、PCB81、PCB126、PCB169)和 8 个单邻位取代的 PCBs(PCB105、PCB114、PCB118、PCB123、PCB156、PCB157、PCB167、PCB189)。DL-PCBs 可通过食物链浓缩放大,在人体内蓄积后产生巨大的危害作用^[6],因此监测食品中的 DL-PCBs 污染受到国内外广泛关注^[7-10]。

小麦是我国居民的主要粮食作物之一,也是加工部分食品的基础原料,其质量安全对保障居民饮食健康具有重要意义。调查发现,国内外小麦等谷物受到不同程度的 PCBs 污染^[11-13],加强对小麦中 PCBs 的监测,对保护人体健康具有重要意义。目前有关小麦中 PCBs 的检测方法研究比较少^[11-15],主要采用气相色谱-质谱法(gas chromatograph-mass spectrometry, GC-MS)^[11,12]和气相色谱-电子捕获检测器法(gas chromatograph-electron capture detector, GC-ECD)^[13-15]进行检测。其中,GC-MS 能准确定性定量,而且仪器相对便宜,是测定 PCBs 最常用的方法,也是食品安全国家标准推荐使用的方法^[16]。常用的样品提取方法主要为索氏提取法^[11,12]和加速溶剂萃取法^[13,15],净化方法大多采用固相萃取法^[12,13,15],它们大多操作繁琐、耗时间、溶剂消耗大,有些方法需要昂贵的专用设备,检测成本偏高,不利于推广应用。QuEChERS(quick, easy, cheap, effective, rugged and safe)是近年来快速发展的一种高效样品前处理技术,具有简单、快速、高效、安全、经济等优点,已广泛用于环境、食品等领域的检测,在谷物安全检测方面也获得了较好的应用^[14]。本研究以小麦为分析对象,基于 QuEChERS 快速前处理技术,利用 GC-MS 建立了同时快速测定小麦中 12 种 DL-PCBs (PCB81、PCB77、PCB123、PCB118、PCB114、PCB105、PCB126、PCB167、PCB156、PCB157、PCB169、PCB189)的方法。该方法各项技术指标均满足检测要求,为小麦中 12 种 DL-PCBs 的同时检测提供了可行方法。

2 材料与方法

2.1 仪器与试剂

7890B-5977A 气相色谱-质谱仪(美国安捷伦公司); KQ-500DE 超声波清洗器(昆山超声仪器公司)。

12 种 DL-PCBs 混合标准溶液(PCB81、PCB77、PCB123、PCB118、PCB114、PCB105、PCB126、PCB167、PCB156、PCB157、PCB169、PCB189)(质量浓度为 2 mg/L,美国 AccuStandard 公司);羧基化多壁碳纳米管(carboxylated multi-walled carbon nanotubes, MWCNTs-COOH)、N-丙基乙二胺(primary secondary amine, PSA)(南京先丰纳米材料科技有限公司);正己烷(色谱纯,瑞典欧普森公司);丙酮、甲苯、无水 Na₂SO₄、无水 MgSO₄(分析纯,上海国药集团)。

2.2 实验方法

2.2.1 标准溶液配制

取质量浓度为 2 mg/L 的 12 种 DL-PCBs 混合标准溶液 1 mL 于 2 mL 容量瓶中,加正己烷定容,摇匀制成 1 mg/L 的混合标准储备液,4 °C 保存。使用时取出放至室温后,用正己烷逐级稀释,配制质量浓度为 5、10、50、100、500 µg/L 的溶剂标准工作溶液。

取空白小麦样品,制得空白基质溶液,氮气吹至近干,加入 1.0 mL 不同质量浓度的上述溶剂标准工作溶液混匀,过 0.22 µm 有机滤膜,配制质量浓度为 5、10、50、100、500 µg/kg 的基质匹配标准工作溶液。

2.2.2 样品前处理

(1)试样制备

小麦购自当地大型超市,粉碎后过 40 目筛,低温保存。

(2)提取

称取 2 g(精确至 0.01 g)小麦试样于 50 mL 离心管中,加入 1 g 无水 Na₂SO₄和 10 mL 丙酮-正己烷(1:2, V:V),混匀后超声提取 15 min(期间取出振摇 2 次),8000 r/min 离心 4 min,取 5 mL 上清液至玻璃试管中,用 5 mL 甲苯进行溶剂置换,待净化。

(3)净化

向上述待净化液中加入 0.01 g MWCNTs-COOH、0.13 g PSA 和 0.1 g 无水 MgSO₄,涡旋 2 min,9000 r/min 离心 5 min,取上清液氮吹近干,加入 1.0 mL 正己烷,混匀后过 0.22 µm 滤膜,待测。

2.2.3 气相色谱-质谱条件

(1)气相色谱条件

安捷伦 HP-5MS 毛细管柱(30 m×0.25 mm, 0.25 µm);进样口温度 250 °C;载气为高纯氦气,流速 1.2 mL/min;不分流进样,进样量 1.0 µL。气相色谱升温程序:80 °C 保持 2 min,20 °C/min 升温至 180 °C,保持 2 min,3 °C/min 升温至 230 °C,保持 2 min,10 °C/min 升温至 280 °C,保持 2 min。

(2)质谱条件

离子源:电子轰击电离源 EI,电离电压 70 eV,离子源温度为 280 °C,四极杆温度为 150 °C,接口温度

为 280 ℃, 溶剂延迟 5 min; 扫描模式: 选择离子扫描模式。

3 结果与分析

3.1 质谱条件优化

根据 12 种 DL-PCBs 的非极性特点, 选择经典的弱极性、低柱流失的 HP-5MS 色谱柱对其混合标准溶液进行分析, 并通过改变进样口温度、载气流速和升温程序, 观察各待测物的信号强度和分离情况, 最终确定“2.2.3”气相色谱条件。在气相色谱优化条件下, 利用 GC-MS 对 500 μg/L 的 12 种 DL-PCBs 溶剂标准工作溶液进行全扫描分析。根据总离子流色谱图, 通过 NIST 谱库检索, 确定各化合物的保留时间, 并在扣除背景后的质谱图中, 选择丰度高、质荷比大、基质干扰少的特征离子作为监测离子进行定性和定量分析。

12 种 DL-PCBs 的保留时间、定性定量离子及其丰度比见表 1。

3.2 前处理条件优化

3.2.1 提取条件优化

①提取溶剂的优化

DL-PCBs 为弱极性化合物, 不溶于水, 按照相似相溶原理, 用正己烷作为提取溶剂比较理想, 加入适当比例的丙酮可增加对样品的渗透性, 有助于提高提取效率。采用超声提取方法, 在 10 μg/kg 加标水平下, 以回收率为指标, 考察了正己烷、丙酮-正己烷(1:1, V:V)、丙酮-正己烷(1:2, V:V) 3 种提取溶剂对 12 种 DL-PCBs 的提取效率, 回收率

见图 1。从图中可以看出, 3 种提取溶剂中以丙酮-正己烷(1:2, V:V)对 12 种 DL-PCBs 的提取效率最佳, 回收率在 90.4%~99.6%之间。因此, 选择丙酮-正己烷(1:2, V:V)作为提取溶剂。

②提取时间的优化

在 10 μg/kg 加标水平下, 以回收率为指标, 比较了不同提取时间对 12 种 DL-PCBs 的提取效率, 回收率见图 2。从图中可以看出, 随着提取时间的增加, 12 种 DL-PCBs 的回收率逐渐增大。当提取时间为 15 min 和 20 min 时, 回收率分别为 93.1%~103.7%和 97.4%~107.3%, 均满足分析的要求。为缩短检测时间, 提高检测效率, 选择提取时间为 15 min。

3.2.2 净化条件优化

采用 QuEChERS 技术净化样品, 并根据课题组前期研究^[17], 选用 MWCNTs-COOH 和 PSA 作为分散净化剂, MWCNTs-COOH 用于去除小麦基质中色素、脂类等物质, PSA 用于去除基质中脂肪酸类物质。取 5 mL 空白小麦提取液, 加入 20 μL 的 12 种 DL-PCBs 的混合标准储备液, 经不同质量的 MWCNTs-COOH(0.01、0.02、0.03 g)和 PSA(0.13、0.14、0.15 g)净化, 比较对提取液的净化效果。实验显示, MWCNTs-COOH 用量对分析物回收率的影响不大, 当其用量为 0.01 g 时, 提取液颜色澄清, 回收率为 98.7%~114.1%。PSA 用量对分析物的回收率影响较大, 随着其用量的增加回收率呈下降趋势(图 3), 当用量为 0.13 g 时, 分析物的回收率为 93.4%~106.4%, 满足检测要求。因此, 选择 MWCNTs-COOH 和 PSA 的用量分别为 0.01 g 和 0.13 g。

表 1 12 种 DL-PCBs 的保留时间、定性定量离子及其相对丰度
Table 1 Retention times, qualitative and quantitative ions and relative abundances of 12 DL-PCBs

编号	化合物	保留时间/min	定性离子(<i>m/z</i>)	丰度比/%	定量离子(<i>m/z</i>)
1	PCB81	18.44	292,220,110	100.0:39.6:15.0	292
2	PCB77	18.91	292,220,110	100.0:42.9:12.6	292
3	PCB123	20.06	326,254,127	100.0:39.7:11.3	326
4	PCB118	20.18	326,254,127	100.0:34.8:10.4	326
5	PCB114	20.71	326,254,127	100.0:45.9:11.9	326
6	PCB105	21.46	326,254,127	100.0:35.7:13.5	326
7	PCB126	23.13	326,254,127	100.0:30.4:12.9	326
8	PCB167	24.17	360,290,145	100.0:37.8:15.5	360
9	PCB156	25.32	360,290,145	100.0:34.2:14.7	360
10	PCB157	25.62	360,290,145	100.0:45.3:17.3	360
11	PCB169	27.47	360,290,145	100.0:40.3:16.5	360
12	PCB189	29.42	394,324,162	100.0:50.3:22.8	394

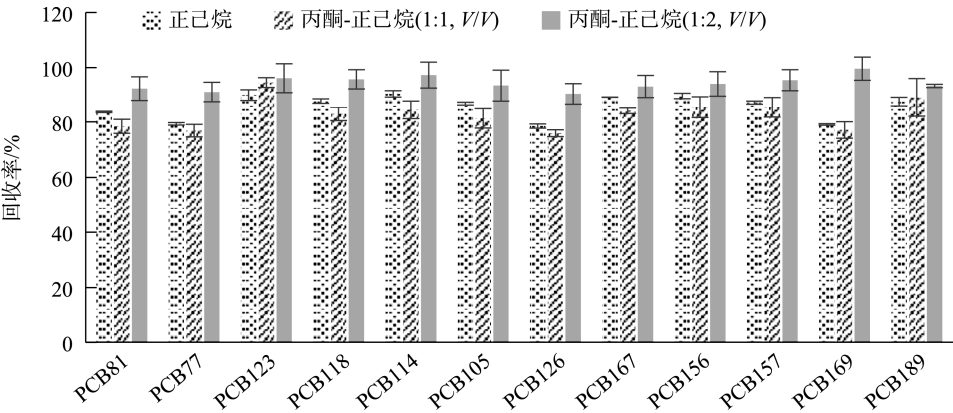


图 1 不同提取剂对 12 种 DL-PCBs 加标回收率的影响($n=3$)
Fig.1 Effect of different extraction solvents on recoveries of 12 DL-PCBs spiked in wheat ($n=3$)

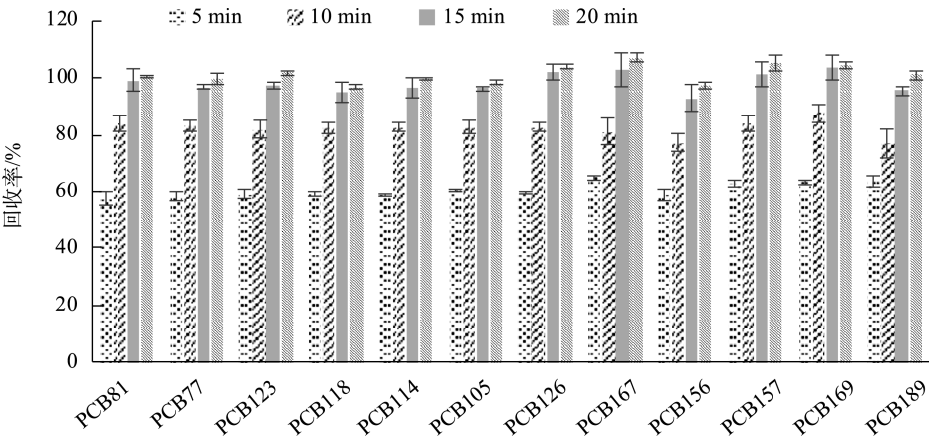


图 2 不同提取剂对 12 种 DL-PCBs 加标回收率的影响($n=3$)
Fig.2 Effect of different extraction time on recoveries of 12 DL-PCBs spiked in wheat ($n=3$)

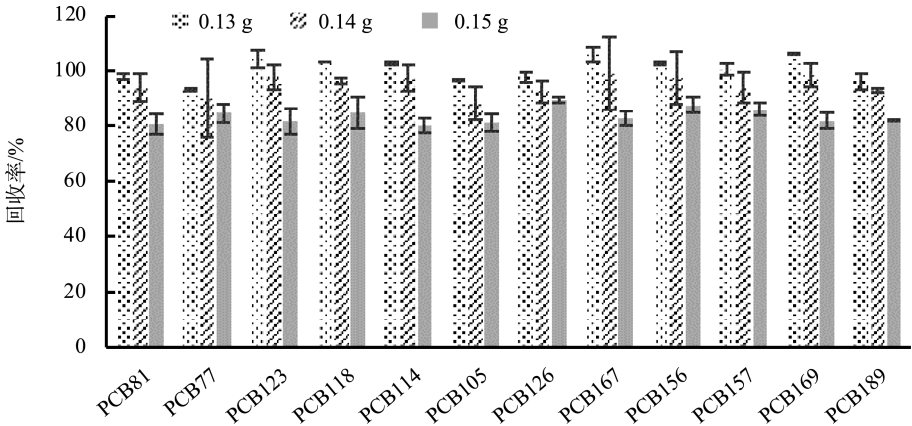


图 3 PSA 用量不同提取剂对 12 种 DL-PCBs 加标回收率的影响($n=3$)
Fig.3 Effect of different extraction time on recoveries of 12 DL-PCBs spiked in wheat ($n=3$)

3.3 基质效应分析

分别取 2.2.1 中配制的基质匹配标准工作溶液和溶剂标准工作溶液进行测定, 以基质匹配标准曲线斜率与纯溶剂标准曲线斜率比值确定基质效应, 当比值为 0.9~1.1 时, 基质效应可忽略; 当比值大于 1.1 或小于 0.9 时, 表明存在基质增强或减弱效应^[17], 需采取措施补偿基质效应。结果显示(表 2), 12 种 DL-PCBs 的斜率比值在 1.002~1.052 之间, 基质效应不明显。因此, 在实际样品检测中, 直接采用纯溶剂配制标准溶液进行定量。

3.4 方法线性范围、检出限及定量限

取配制的溶剂标准工作溶液, 按本方法仪器条件进行测定。12 种 DL-PCBs 在 5~500 μg/L 范围内相关系数(*r*)均在 0.999 以上, 线性方程和相关系数见表 2。在空白基质中添加不同浓度的标准溶液进行样品前处理和

测定, 以特征离子色谱峰的信噪比(*S/N*)≥3 确定方法的检出限(limits of detection, LOD), 以 *S/N*≥10 且回收率满足要求的最小加标浓度为定量限(limit of quantification, LOQ), 结果见表 2。

3.5 回收率及精密度实验

以空白小麦为样品, 在 5、10 和 100 μg/kg 3 个水平下进行加标回收实验, 每个添加水平做 5 次平行, 分别测得回收率及相对标准偏差, 结果见表 2。12 种 DL-PCBs 的平均回收率为 88.6%~115.0%, 相对标准偏差(relative standard deviations, RSD)为 1.6%~6.5%, 表明方法稳定可靠。

3.5 实际样品测定

用本方法对当地超市购买的小麦样品进行检测, 没有检测到阳性样品。

表 2 12 种 DL-PCB 线性方程、相关系数、检出限(LODs)、定量限(LOQs)、基质效应、加标回收率及精密度(*n*=5)
Table 2 Linear equations, correlation coefficients, LODs, LOQs, spiking recoveries and accuracy of 12 DL-PCBs (*n*=5)

化合物	线性方程	<i>r</i>	LOD/ (μg/kg)	LOQ/ (μg/kg)	基质 效应	5 μg/kg		10 μg/kg		100 μg/kg	
						回收率 /%	RSD /%	回收率 /%	RSD /%	回收率 /%	RSD /%
PCB81	$Y=1.24\times10^5X-9.62\times10^1$	0.9999	0.5	5	1.042	88.6	3.0	108.8	2.2	112.6	6.5
PCB77	$Y=1.26\times10^5X-2.04\times10^2$	0.9999	0.5	5	1.002	92.9	5.8	110.9	1.9	114.4	6.3
PCB123	$Y=1.10\times10^5X-2.31\times10^2$	0.9998	0.5	5	1.016	96.5	4.3	113.1	3.1	115.0	6.3
PCB118	$Y=1.14\times10^5X-2.58\times10^2$	0.9998	0.5	5	1.002	94.7	6.1	106.6	3.4	108.4	6.2
PCB114	$Y=1.07\times10^5X-3.14\times10^2$	0.9997	0.5	5	1.023	95.5	5.5	109.5	2.2	112.8	5.8
PCB105	$Y=1.09\times10^5X+8.34\times10^0$	1.0000	0.5	5	1.027	93.7	4.7	108.4	2.4	110.3	6.1
PCB126	$Y=1.09\times10^5X-1.27\times10^2$	0.9999	0.6	5	1.037	94.9	5.7	106.1	3.2	114.2	5.0
PCB167	$Y=9.10\times10^4X-1.60\times10^1$	0.9999	0.6	5	1.034	95.5	5.0	109.2	3.3	111.7	6.0
PCB156	$Y=8.77\times10^4X+4.38\times10^1$	1.0000	0.7	5	1.052	95.8	3.4	108.3	2.8	112.6	6.0
PCB157	$Y=8.72\times10^4X-1.55\times10^2$	1.0000	0.7	5	1.002	94.8	2.5	107.7	3.3	111.2	6.3
PCB169	$Y=8.92\times10^4X-1.33\times10^2$	1.0000	0.8	5	1.032	98.8	3.9	108.8	1.8	110.3	6.1
PCB189	$Y=6.98\times10^4X-9.59\times10^1$	0.9999	0.7	5	1.037	103.4	2.8	112.5	1.6	113.8	6.1

4 结 论

本研究采用改进的 QuEChERS 方法为前处理手段,建立了 GC-MS 快速、准确地测定小麦中 12 种 DL-PCBs 的方法。12 种 DL-PCBs 在 5~500 $\mu\text{g/L}$ 范围内具有良好的线性关系,相关系数 r 均大于 0.999。方法的回收率为 88.6%~115.0%, RSD 小于 6.5% ($n=5$), LOD 为 0.5~0.8 $\mu\text{g/kg}$, LOQ 均为 5 $\mu\text{g/kg}$, 具有较好的准确度、精密度和灵敏度。该方法前处理简单快速,溶剂消耗少,对检测条件要求低,适用于小麦中 12 种 DL-PCBs 同时测定。

考文献

- [1] Crinnion WJ. Polychlorinated biphenyls: persistent pollutants with immunological, neurological, and endocrinological consequences [J]. *Altern Med Rev*, 2011, 16(1): 5–13.
- [2] Kim L, Jeon JW, Son JY, *et al.* Concentration and distribution of polychlorinated biphenyls in rice paddy soils [J]. *Appl Biol Chem*, 2017, 60(2): 191–196.
- [3] Su XF, Feng JL, Guo LY, *et al.* Polychlorinated biphenyls in the Yellow River of Henan section: occurrence, composition, and impact factors [J]. *Environ Sci Pollut R*, 2018, 25(14): 13479–13488.
- [4] 马灵飞, 高黎红, 雷春妮, 等. 气相色谱-离子阱串联质谱法检测大气颗粒物中 12 种多氯联苯[J]. *分析科学学报*, 2017, 33(6): 817–821.
Ma LF, Gao LH, Lei CN, *et al.* Gas chromatography-ion trap tandem mass spectrometry for the determination of 12 kinds of polychlorinated biphenyls in atmospheric particulate matter [J]. *J Anal Sci*, 2017, 33(6): 817–821.
- [5] 杜静, 黄会, 张华威, 等. 山东养殖贝类中有机氯农药与多氯联苯污染特征及风险评价[J]. *南方水产科学*, 2019, 15(3): 1–13.
Du J, Huang H, Zhang HW, *et al.* Pollution characteristics and risk assessment of organochlorine pesticides and polychlorinated biphenyls in shellfish from Shandong coastal area [J]. *South Chin Fish Sci*, 2019, 15(3): 1–13.
- [6] 刘寒, 聂芳红, 林红英, 等. 类二噁英多氯联苯生殖毒性的研究进展[J]. *生态毒理学报*, 2011, 6(4): 337–344.
Liu H, Nie FH, Lin HY, *et al.* Review on reproductive toxicity of dioxin-like polychlorinated biphenyls [J]. *Asian J Ecotox*, 2011, 6(4): 337–344.
- [7] Li JG, Zhang L, Wu YN, *et al.* A national survey of polychlorinated dioxins, furans (PCDD/Fs) and dioxin-like polychlorinated biphenyls (dl-PCBs) in human milk in China [J]. *Chemosphere*, 2009, 75(9): 1236–1242.
- [8] Song Y, Wu NX, Han JL, *et al.* Levels of PCDD/Fs and DL-PCBs in selected foods and estimated dietary intake for the local residents of Luqiao and Yuhang in Zhejiang China [J]. *Chemosphere*, 2011, 85(3): 329–334.
- [9] Adu-Kumi S, Kawano M, Shiki Y, *et al.* Organochlorine pesticides (OCPs), dioxin-like polychlorinated biphenyls (dl-PCBs), polychlorinated dibenzo-p-dioxins and polychlorinated dibenzo furans (PCDD/Fs) in edible fish from Lake Volta, Lake Bosomtwi and Weija Lake in Ghana [J]. *Chemosphere*, 2010, 81(6): 675–684.
- [10] Trocino A, Xiccato G, Majolini D, *et al.* Levels of dioxin-like polychlorinated biphenyls (DL-PCBs) and metals in european sea bass from fish farms in Italy [J]. *Food Chem*, 2012, 134(1): 333–338.
- [11] Witczak A, Abdel-Gawad H. Comparison of organochlorine pesticides and polychlorinated biphenyls residues in vegetables, grain and soil from organic and conventional farming in Poland [J]. *J Environ Sci Heal B*, 2012, 47: 343–354.
- [12] Mahmood A, Syed JH, Malik RN, *et al.* Polychlorinated biphenyls (PCBs) in air, soil, and cereal crops along the two tributaries of river Chenab, Pakistan: concentrations, distribution, and screening level risk assessment [J]. *Sci Total Environ*, 2014, 481: 596–604.
- [13] 薛海全, 崔兆杰, 杜世勇. ASE 萃取-GPC 净化-GC/ECD 测定小麦中有机氯农残和多氯联苯[J]. *山东大学学报: 理学版*, 2011, 46(1): 11–15.
Xue HQ, Cui ZJ, Du SY. Determination of organochlorine pesticides and polychlorinated biphenyls in wheat by gas chromatography with accelerated solvent extraction and gel permeation chromatography cleanup [J]. *J Shandong Univ (Nat Sci Ed)*, 2011, 46(1): 11–15.
- [14] 吕爱娟, 沈小明, 蔡小虎, 等. 优化 QuEChERS-气相色谱法测定谷物中有机氯和多氯联苯残留[J]. *江苏农业科学*, 2017, 45(21): 219–222.
Lv AJ, Shen XM, Cai XH, *et al.* Determination of organochlorine and polychlorinated biphenyls residues in cereals by optimized QuEChERS-gas chromatography [J]. *Jiangsu Agric Sci*, 2017, 45(21): 219–222.
- [15] 杨佳佳, 佟玲, 吴淑琪, 等. 加速溶剂萃取-气相色谱法测定谷物中有机氯农药和多氯联苯[J]. *岩矿测试*, 2013, 32(3): 487–494.
Yang JJ, Tong L, Wu SQ, *et al.* Determination of organochlorine pesticides and polychlorinated biphenyls in grains using gas chromatography with accelerated solvent extraction [J]. *Rock Min Anal*, 2013, 32(3): 487–494.
- [16] GB 5009.190-2014 食品安全国家标准 食品中指示性多氯联苯含量的测定[S].
GB 5009.190-2014 National food safety standard-Determination of indicative polychlorinated biphenyls in food [S].

- [17] 刘腾飞, 杨代凤, 章雪明, 等. 分散固相萃取-气相色谱-质谱法测定茶叶中 18 种多氯联苯[J]. 色谱, 2018, 36(10): 94-103.

Liu TF, Yang DF, Zhang XM, *et al.* Determination of 18 polychlorinated biphenyls in tea by gas chromatography-mass spectrometry coupled with dispersive solid-phase extraction [J]. Chin J Chromatogr, 2018, 36(10): 94-103.

(责任编辑: 于梦娇)

作者简介

杨代凤, 研究员, 主要研究方向为食品安全。

E-mail: saasydf@163.com

刘腾飞, 助理研究员, 主要研究方向为食品安全。

E-mail: bblitengfei@163.com